



Standar Nasional Indonesia

SNI 06-2898-1992

Asam asetat glasial untuk industri

ASAM ASETAT GLASIAL UNTUK INDUSTRI

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan asam asetat glasial untuk industri.

2. DEFINISI

Asam asetat glasial dikenal juga sebagai asam cuka glasial adalah cairan jernih tidak berwarna, berbau khas, tajam dan berasa asam, dengan rumus kimia CH_3COOH dan digunakan untuk industri.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu asam asetat glasial untuk industri dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

Tabel
Syarat Mutu Asam Asetat Glasial untuk Industri

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	W a r n a	Hazen	Maks. 10
2.	Kadar asam asetat	% b/b	Min. 99,0
3.	Sisa penguapan	% b/b	Maks. 0,01
4.	B e s i	p.p.m.	Maks. 2
5.	Klorida	p.p.m.	Maks. 10
6.	Sulfat	p.p.m.	Maks. 10
7.	Logam berat	p.p.m.	Maks. 10
8.	Kadar asam formiat	% b/b	Maks. 0,15
9.	Kadar acetaldehida	% b/b	Maks. 0,05
10.	Kadar air	% b/b	Maks. 1,0

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SII. 0427 - 81, *Petunjuk Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat*.

Jumlah pengambilan contoh yang mewakili minimal $\frac{1}{2}$ liter contoh ditaruh dalam botol gelas bertutup asah, kedap udara, kering dan bersih, dengan ukuran yang sesuai sehingga hampir seluruhnya terisi oleh contoh.

Bila dilakukan penyegelan tempat contoh, diusahakan agar isinya tidak sampai terkontaminasi.

5. CARA UJI

5.1. Warna

5.1.1. Prinsip

Penentuan warna dilakukan dengan cara membandingkan warna contoh dengan warna standar.

5.1.2. Pereaksi

- Larutan kobalt klorida heksahidrat
- Larutan asam klorida pekat BJ = 1,18
- Larutan asam kloroplatinat

Larutkan 250 mg platina dengan sedikit aqua regia dalam sebuah cawan gelas atau porselen dipanaskan di atas penangas air.

Bila logam tersebut telah larut, larutan diuapkan sampai kering. Tambah 1 ml asam klorida dan uapkan lagi sampai kering. Ulangi lagi pekerjaan ini sampai dua kali.

5.1.3. Peralatan

- Cawan gelas atau porselen
- Penangas air
- Labu ukur 250 ml, 500 ml
- Tabung Nessler.

5.1.4. Prosedur

5.1.4.1. Penyiapan standar warna

- Larutkan 0,50 g kobalt klorida heksahidrat dan semua asam kloroplatinat yang telah disiapkan seperti di atas dalam 50 ml asam klorida.
- Jika perlu dihangati untuk memperoleh larutan jernih dan setelah didinginkan pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml dan encerkan sampai ke tanda garis.
- Masukkan masing-masing 5,0 ml dan 20 ml dari larutan tersebut, ke dalam labu ukur 250 ml, encerkan dengan air sampai tanda. Larutan ini masing-masing mempunyai warna 10 dan 40 satuan Hazen (Hazen Unit). Standar warna harus selalu baru.

5.1.4.2. Pengujian

Salah satu tabung Nessler diisi dengan contoh sampai tanda dan satunya lagi dengan standar warna yang tersedia. Bandingkan warna menggunakan latar belakang putih.

5.2. Kadar Asam Asetat

5.2.1. Prinsip

Asam yang terdapat dalam contoh dititar dengan NaOH secara alkalimetri.

5.2.2. Pereaksi

- Penunjuk fenolftalein 0,1 %
- Larutan NaOH 0,1 N.

5.2.3. Peralatan

- Botol timbang
- Neraca analitik
- Erlenmeyer 250 ml
- Gelas ukur 100 ml
- Labu ukur 250 ml
- Pipet gondok 25 ml
- Mikro buret 10 ml.

5.2.4. Prosedur

- Timbang teliti 2,5 - 3,0 g contoh dalam botol timbang yang berisi 50 ml air suling yang telah dididihkan dan didinginkan.
- Masukkan ke dalam labu ukur 250 ml dan tambahkan air suling sampai tanda.
- Ambil 25 ml dengan pipet.
- Kemudian masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 0,5 ml penunjuk fenolftalein.
- Titrasi dengan larutan NaOH 0,1 N baku sampai warna merah muda (pink).

5.2.5. Perhitungan

Kadar asam asetat (CH_3COOH), % berat =

$$\left(\frac{60,50 \times V \times N \times fp}{W} \times 100 \right) - 1,3 A$$

dimana :

- V = Larutan NaOH yang dibutuhkan untuk titrasi contoh, ml
- N = Normalitas larutan NaOH baku
- fp = Faktor pengenceran
- W = Berat contoh, mg
- A = Kadar asam formiat, % berat, ditetapkan menurut metoda berikut (lihat cara uji 5.8; kadar asam formiat).

5.3. Sisa Penguapan

5.3.1. Prinsip

Menguapkan contoh, sehingga diperoleh sisa penguapan sebagai hasil bagi antara berat zat yang tidak menguap dengan berat contoh.

5.3.2. Peralatan

- Cawan penguap, 150 ml
- Penangas air
- Lemari pengering yang suhunya dapat diatur $105 \pm 5 ^\circ\text{C}$.
- Eksikator
- Neraca analitik.

5.3.3. Prosedur

- Keringkan cawan penguap dalam lemari pengering pada suhu $105 \pm 5 ^\circ\text{C}$, kemudian dinginkan dalam eksikator.
- Timbang hingga berat tetap atau berbeda 0,1 mg dari penimbangan akhir (B).
- Masukkan 100 ml contoh ke dalam cawan penguap yang telah diketahui beratnya, kemudian timbang (C).
- Uapkan sampai kering di atas penangas air.
- Lanjutkan pengeringan dalam lemari pengering pada suhu $105 \pm 5 ^\circ\text{C}$ selama 1 jam, kemudian dinginkan dalam eksikator.
- Timbang hingga berat tetap atau berbeda 0,1 mg dari penimbangan akhir (A).

5.3.4. Perhitungan

$$\text{Sisa penguapan, \% berat} = \frac{A - B}{C} \times 100$$

dimana :

- A = berat cawan penguap dan sisa penguapan
- B = berat cawan penguap kosong
- C = berat cawan penguap dan contoh.

5.4. B e s i

5.4.1. Prinsip

Membandingkan warna larutan contoh, setelah ditambah larutan KCNS dalam suasana asam, dengan warna larutan standar, dengan penguapan spektrofotometer.

5.4.2. Pereaksi

- Larutan KCNS 20 %
- Larutan HNO_3 4 N
- Larutan standar besi (1 ml = 1 mg Fe).

5.4.3. Peralatan

- Neraca analitik
- Labu ukur 100 ml, 250 ml
- Pipet 25 ml
- Botol timbang
- Spektrofotometer.

5.4.4. Prosedur

- Timbang contoh ± 20 g, larutkan dalam labu ukur 250 ml, kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Kocok sampai homogen, pipet 25 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan 5 ml HNO_3 4 N dan 3 ml KCNS 20 %, encerkan dengan air suling sampai tanda garis, kocok sampai homogen.
- Biarkan labu ukur dalam ruang gelap ± 5 menit.
- Larutan standar dikerjakan dengan cara yang sama dengan kepekatan 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 mg Fe/liter.
- Ukur serapan contoh dengan panjang gelombang 425 nm bandingkan dengan standar, maka kadar Fe dalam contoh dapat diketahui.

5.4.5. Perhitungan

$$\text{Kadar besi, ppm} = \frac{\text{ppm standar Fe yang sesuai}}{\text{berat contoh (g)}}$$

5.5. Klorida

5.5.1. Prinsip

Membandingkan warna larutan contoh setelah ditambah perak nitrat dalam suasana asam dengan larutan standar, dengan menggunakan spektrofotometer.

5.5.2. Pereaksi

- Larutan AgNO_3 5 %
- Larutan HNO_3 4 N
- Larutan standar klorida (1 ml = 0,1 mg Cl).

5.5.3. Peralatan

- Neraca analitik
- Labu ukur 100 ml, 250 ml
- Pipet 25 ml
- Botol timbang
- Spektrofotometer.

5.5.4. Prosedur

- Timbang contoh ± 20 g, larutkan dalam labu ukur 250 ml, kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda garis.
- Kocok sampai homogen, pipet 25 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan 2 ml HNO_3 4 N dan 1 ml AgNO_3 , encerkan dengan air suling sampai tanda garis, kocok sampai homogen.
- Biarkan labu ukur dalam ruang gelap ± 5 menit.
- Larutkan standar dikerjakan dengan cara yang sama dengan kepekatan 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 mg Cl/liter.
- Ukur serapan contoh dengan panjang gelombang 425 nm bandingkan dengan standar, maka Cl dalam contoh dapat diketahui.

5.5.5. Perhitungan

$$\text{Kadar klorida, ppm} = \frac{\text{ppm standar Cl yang sesuai}}{\text{berat contoh (g)}}$$

5.6. Sulfat

5.6.1. Prinsip

Membandingkan secara visual kekeruhan larutan contoh dengan larutan sulfat standar, setelah ditambahkan larutan barium klorida yang diasamkan dengan asam klorida.

5.6.2. Pereaksi

- Larutan natrium karbonat anhidrat 53 g/liter.
 - Larutan asam klorida 36,5 g/liter.
 - Larutan barium klorida anhidrat 100 g/liter.
 - Larutan sulfat standar (1 ml = $0,1 \text{ SO}_4^{2-}$).
- Pindahkan 20,8 ml larutan asam sulfat standar 0,1 mol/liter ke dalam labu ukur 1000 ml, kemudian encerkan dengan air sampai tanda garis.

5.6.3. Peralatan

- Kertas saring bebas sulfat
- Tabung Nessler 100 ml
- Labu ukur 250 ml dan 1000 ml.

5.6.4. Prosedur

1) Persiapan larutan contoh :

- Masukkan 100 ± 1 g contoh pada cawan porselen, tambahkan 0,2 ml larutan Na_2CO_3 , kemudian uapkan sampai kering pada penangas air.

- Larutkan residunya dengan air yang berisi 1 ml, larutkan HCl dan masukkan dalam labu ukur 250 ml kemudian encerkan dengan air sampai tanda garis dan kocok. Jika larutan tidak jernih saring dengan kertas saring.
- Pindahkan 100 ml larutan contoh di atas ke dalam tabung Nessler 100 ml.

2) Persiapan larutan sulfat standar :

- Masukkan 4,0 ml larutan sulfat standar ke dalam tabung Nessler 100 ml, tambahkan 2 ml larutan HCl kemudian encerkan dengan air sampai tanda garis dan kocok.
- Pada masing-masing larutan contoh dan standar tambahkan 2 ml larutan BaCl_2 kemudian kocok dan biarkan selama 5 menit.
- Kocok kembali larutan dan bandingkan kekeruhan larutan contoh dengan larutan sulfat standar.
- Kekeruhan larutan contoh tidak boleh melebihi kekeruhan larutan sulfat standar.

5.7. Logam Berat (dihitung sebagai timbal, Pb)

5.7.1. Prinsip

Membandingkan warna contoh setelah direaksikan dengan natrium sulfida, dengan warna larutan timbal standar.

5.7.2. Pereaksi

- Larutan amoniak BJ = 0,88
- Larutan sulfida, larutan 100 g/liter
- Larutan timbal standar (100 mg Pb/ml) yang disiapkan baru
Timbang 0,0160 g timbal nitrat, larutan dengan air suling menjadi 100 ml
- Kertas lakmus.

5.7.3. Prosedur

- Timbang 10 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala 100 ml dan encerkan dengan air menjadi 50 ml.
- Tambah larutan amoniak sampai alkalis terhadap kertas lakmus, dinginkan dan pindahkan tabung Nessler dan encerkan dengan air suling menjadi 100 ml. Tambah 0,1 ml (2 tetes) larutan natrium sulfida dan aduk baik-baik.
- Untuk menyiapkan larutan standar pembanding yang diketahui kepekatan, masukkan ke dalam dua tabung Nessler yang sudah diisi 50 ml air, kemudian tambah 1 ml larutan amoniak. Encerkan dengan air menjadi 100 ml dan aduk baik-baik.

- Tambahkan 0,1 ml (2 tetes) larutan natrium sulfida dan aduk baik-baik. Larutan standar pembanding ini masing-masing berisi 5 dan 20 ppm timbal (Pb).
- Bandingkan warna larutan contoh dengan standar.

5.8. Kadar Asam Formiat

5.8.1. Prinsip

Asam formiat dalam contoh dioksidasi menjadi karbon dioksida dengan memberi klorida. Karbon dioksida yang terbentuk diperiksa secara iodometri.

5.8.2. Pereaksi

- Larutan natrium hidroksida 0,1 N
- Larutan asam klorida 2 N
- Larutan merkuri klorida, 50 g/liter disaring
- Kalium iodida kristal
- Larutan iodium 0,1 N
- Larutan natrium tiosulfat 0,1 N
- Larutan kanji, 1 % selalu disiapkan baru.

5.8.3. Peralatan

- Labu erlenmeyer 250 ml
- Pendingin tegak (refluks kondensor)
- Pipet 25 ml
- Mikroburet 10 ml
- Penangas air.

5.8.4. Prosedur

- Timbang 5,0 ml contoh dalam labu erlenmeyer 250 ml yang bertutup asah yang telah diketahui beratnya. Tambah 30 ml larutan natrium hidroksida dan 10 ml asam klorida.
- Tambah 40 ml larutan merkuri klorida.
- Sambungkan dengan pendingin tegak dan panaskan selama 2 jam pada penangas air yang mendidih, lalu dinginkan.
- Tambahkan 10 g kalium iodida dan larutkan, lalu tambah 10,0 ml larutan iodium.
- Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat.
- Tambahkan 0,5 ml larutan kanji sebelum titik akhir titrasi tercapai.
- Kerjakan blangko tanpa penambahan larutan natrium hidroksida.

5.8.5. Perhitungan

$$\text{Kadar asam formiat, \% berat} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 23}{W} \times 100$$

dimana :

- V_1 = Volume penitaran blangko, ml
- V_2 = Volume penitaran contoh, ml
- N = Normalitas larutan natrium tiosulfat
- W = Berat contoh, mg.

5.9. Kadar Asetaldehida

5.9.1. Prinsip

Asetaldehida yang ada dalam contoh direduksi dengan larutan natrium hidrogen sulfit standar yang berlebihan, kemudian kelebihananya ditetapkan secara iodometri.

5.9.2. Pereaksi

- Natrium hidrogen sulfit, larutan disiapkan baru.
Larutkan 16,6 g natrium metabisulfit, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, dalam air dan encerkan menjadi 1000 ml
- Larutan natrium tiosulfat 0,02 N
- Larutan iodium 0,02 N
- Larutan kanji 1 %, disiapkan baru.

5.9.3. Peralatan

- Timbangan analitik
- Labu ukur 50 ml
- Mikroburet 5 ml
- Labu erlenmeyer
- Bejana.

5.9.4. Prosedur

- Timbang 10 ml contoh dan masukkan ke dalam labu ukur 50 ml yang berisi 10 ml air. Tambah 5,0 ml larutan natrium hidrogen sulfit (mikroburet), encerkan dengan air sampai tanda, aduk baik-baik dan biarkan selama 30 menit (a).
- Dalam labu ukur 50 ml yang lain siapkan larutan blangko dengan mengencerkan 5,0 ml larutan natrium hidrogen sulfit kemudian diencerkan dengan air sampai tanda, aduk baik-baik dan biarkan selama 30 menit (b).
- Pada saat bersamaan, pipet 50,0 ml larutan iodium dan masukkan ke dalam masing-masing 2 labu erlenmeyer 250 ml yang tersedia dan taruh keduanya dalam bejana berisi air es (c1 dan c2).
- Pada 3 menit menjelang akhir 30 menit di atas, masukkan masing-masing 20,0 ml larutan contoh (a) dan 20,0 ml larutan blangko (b) ke dalam labu erlenmeyer (c1 dan c2).
- Titrasi keduanya dengan larutan natrium tiosulfat dan tambahkan 0,5 ml larutan kanji sebelum titik akhir titrasi tercapai.

5.9.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Asetaldehida, \% berat} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 22}{W} \times 100$$

dimana :

- V_1 = Volume penitaran contoh, ml
- V_2 = Volume penitaran blangko, ml
- N = Normalitas larutan natrium tiosulfat
- W = Berat contoh, mg.

5.10. Kadar Air

5.10.1. Prinsip

Mendispersikan contoh ke dalam metanol baku, kemudian dititar dengan pereaksi Karl Fischer yang telah diketahui ekuivalen airnya.

5.10.2. Pereaksi

- Pereaksi Karl Fischer
- Metanol baku.

5.10.3. Peralatan

- Alat penitar Karl Fischer
- Neraca analitik
- Pipet.

5.10.4. Prosedur

- Pipet 50 ml metanol, masukkan ke dalam labu titrasi. Titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai terjadi perubahan dari kuning menjadi merah jingga.
- Timbang teliti 0,1 g air suling, lalu masukkan ke dalam labu titrasi, teruskan penitaran sampai titik akhir tercapai (warna berubah dari kuning menjadi merah jingga).
- Pipet 15 ml contoh, masukkan ke dalam labu titrasi, titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir seperti di atas.

5.10.5. Perhitungan

$$\text{Kadar air, \% berat} = \frac{V_c \times F}{W} \times 100$$

dimana :

- V_c = Volume pereaksi Karl Fischer untuk penitaran contoh, ml
- W = Berat contoh, mg
- F = Angka ekuivalen air, mg/ml.

$$F = \frac{W_a}{V_a}$$

dimana :

Wa = Berat air, mg

Va = Volume pereaksi Karl Fischer untuk penitaran air.

Catatan :

Dapat pula digunakan alat penitar Karl Fischer yang otomatis dan pengamatan titik akhir titrasi tergantung dari fasilitas alat tersebut.

6. CARA PENGEMASAN

Produk dikemas dalam wadah yang tidak bereaksi dengan isi, tertutup rapat dan disegel, dengan mempertimbangkan keamanan dan keselamatan selama pengangkutan dan penyimpanan.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada label sekurang-kurangnya harus dicantumkan

- Kadar asam asetat
- Berat bersih
- Kode produksi
- Tanda bahaya, korosif dan mudah terbakar
- Merek/nama dagang
- Nama, alamat dan lambang produsen.



SNI 06-2898-1992 (N)
Asam asetat glasial untuk industri

Tgl. Pinjaman	Tgl. Harus Kembali	Nama Peminjam



PERPUSTAKAAN

